

Reaction column having low vapour load - has bubble plates with immersion caps having side openings for passage of gas phase

Patent Number : GB2109265

International patents classification : B01D-003/20 B01J-010/00 C07C-067/00 C07C-069/18

• **Abstract :**

GB2109265 A Low vapour load reaction column comprises bubble plates with immersion caps of which the side edges comprise openings for the passage of gas phase, immersed inlets, outlets and, optionally, inflow and outflow weirs. The column has an internal diameter of 500-3000 mm and orifices below each cap. The openings in the plate are such that the dry pressure loss is 15-60 times greater than the pressure difference between the liquid column at the inlet and the liq. column at the outlet.

Used in continuous catalytic esterification of aliphatic carboxylic acids of 2-24 carbon atoms with alcohols in countercurrent e.g. esterification of acetic acid with glycerol. Column can also be used for transesterification e.g. myristic acid methyl ester with isopropanol. Esterification can be performed with high volume/time yields without disturbances in column operation or without liquid weeping through the column. Reduced cost of plate construction. (1)

EP-82301 B A reaction column for low vapour flow rates comprising one or more bubble plates with bubble caps of which the sides comprise openings or perforations for the throughflow of the gas phase, one or more submerged inlets, one or more outlets and, optionally inflow and outflow weirs, characterised in that the column has an internal diameter of from 500 to 3000 mm and one or more orifices (4) below each bubble cap (2) of which the openings in the plate (1) are designed in such a way that the dry pressureloss occurring under the particular conditions under which the column is operated is at least 15 times and at most 60 times as great as the pressure difference between the liquid head and the outlet and the pressure of the liquid head at the inlet. (8pp)

GB2109265 B Low vapour load reaction column comprises bubble plates with immersion caps of which the side edges comprise openings for the passage of gas phase, immersed inlets, outlets and, optionally, inflow and outflow weirs. The column has an internal diameter of 500-3000 mm and orifices below each cap. The openings in the plate are such that the dry pressure loss is 15-60 times greater than the pressure difference between the liquid column at the inlet and the liq. column at the outlet.

Used in continuous catalytic esterification of aliphatic carboxylic acids of 2-24 carbon atoms with alcohols in countercurrent e.g. esterification of acetic acid with glycerol. Column can also be used for transesterification e.g. myristic acid methyl ester with isopropanol. Esterification can be performed with high volume/time yields without disturbances in column operation or without liquid weeping through the column. Reduced cost of plate construction. (7pp Dwg.No.1)

GB2109265 B A low vapour flow rate column which comprises one or more bubble plates having bubble caps the sides of which comprise a plurality of openings or perforations for the throughflow of a gas phase, one or more inlets to the uppermost part of the column which extend below the surface of a liquid reactant and one or more outlets from the lowermost part of the column, plates having a diameter of from 500 to 3000mm and one or more orifices below each bubble cap, the cross-sectional area of the orifices being such that the dry pressure loss (as hereinbefore defined) occurring is from 15 to 60 times as great as the pressure difference between the liquid head at the outlet and the liquid head at the inlet.

• **Publication data :**

Patent Family : GB2109265 A 19830602 DW1983-22 7p * AP:
1982GB-0033066 19821119

DE3146142 A 19830601 DW1983-23

EP-82301 A 19830629 DW1983-27 Ger AP: 1982EP-0110505

19821113 DSR: AT BE CH DE FR IT LI LU NL SE

JP58095549 A 19830607 DW1983-28

EP--82301 B 19850807 DW1985-32 Ger DSR: AT BE CH DE
FR IT LI NL SE

GB2109265 B 19850904 DW1985-36

DE3265279 G 19850912 DW1985-38

Priority n° : 1981DE-3146142 19811121

Covered countries : 12

Publications count : 7

Cited patents : DE1937521; DE2503195; DE2516553;
US2778621; US3294379; US3712595

• **Patentee & Inventor(s) :**

Patent assignee : (HENK) HENKEL KGAA
Inventor(s) : BREMUS N; JEROMIN L; PEUKERT E

• **Accession codes :**

Accession N° : 1983-52170K [22]
Sec. Acc. n° CPI : C1983-050743

• **Derwent codes :**

Manual code : CPI: E10-E04A E10-E04D
E10-G02B E10-G02E J04-E02
Derwent Classes : E17 J04

• **Update codes :**

Basic update code : 1983-22
Equiv. update code : 1983-23; 1983-27;
1983-28; 1985-32; 1985-36; 1985-38

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(9) BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

Offenlegungsschrift

(11) DE 31 46 142 A 1

Int. Cl. 3:

B 01 D 3/20

C 07 C 67/08

C 07 C 69/18

DE 31 46 142 A 1

(71) Anmelder:

Henkel KGaA, 4000 Düsseldorf, DE

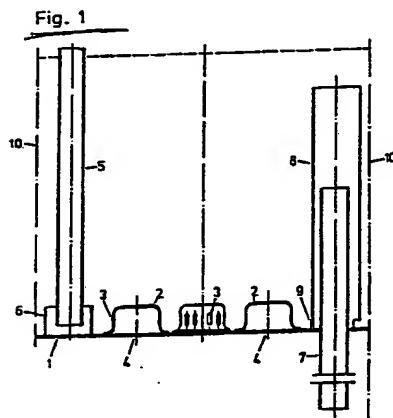
(72) Erfinder:

Bremus, Norbert, Dipl.-Ing., 4018 Langenfeld, DE; Jeromin,
Lutz, Dipl.-Ing. Dr.; Peukert, Eberhard, Dipl.-Ing., 4010
Hilden, DE

Behördeneigentum

(54) Reaktionskolonne und dessen Verwendung

Die Erfindung betrifft eine Reaktionskolonne für geringe Dampfbelastung mit einem oder mehreren Glockenböden mit Tauchglocken, deren Flanken- bzw. Seitenränder Öffnungen oder Einschnitte zum Durchtritt der gasförmigen Phase aufweisen, einem oder mehreren abgetauchten Zulaufen, einem oder mehreren Abläufen und gegebenenfalls Zulauf- und Ablauwehren, die dadurch gekennzeichnet ist, daß sie einen inneren Durchmesser von 500 bis 3000 mm aufweist, eine oder mehrere Drosselöffnungen (4) unter jeder Glocke (2) aufweist, deren Öffnungen im Boden (1) derart ausgebildet sind, daß der unter den Bedingungen des jeweiligen Betriebs der Kolonne auftretende trockende Druckverlust mindestens 15 mal und höchstens 60 mal so groß ist wie der Druckunterschied zwischen dem Druck der Flüssigkeitssäule am Ablauf und dem Druck der Flüssigkeitssäule am Zulauf. Diese Kolonne ist vzw. zur kontinuierlichen katalytischen Verestierung von aliphatischen Carbonsäuren mit 2 bis 24 Kohlenstoffatomen mit Alkoholen im Gegenstrom in flüssiger Phase (31 46 142) bestimmt.



DE 31 46 142 A 1

1 Patentansprüche:

1. Reaktionskolonne für geringe Dampfbelastung mit einem oder mehreren Glockenböden mit Tauchglocken, deren Flanken- bzw. Seitenränder Öffnungen oder Einschnitte zum Durchtritt der gasförmigen Phase aufweisen, einen oder mehreren abgetauchten Zuläufen, einem oder mehreren Abläufen und gegebenenfalls Zulauf- und Ablaufwehren, dadurch gekennzeichnet, daß die Kolonne einen inneren Durchmesser von 500 bis 3000 mm aufweist, eine oder mehrere Drosselöffnungen (4) unter jeder Glocke (2) aufweist, deren Öffnungen im Boden (1) derart ausgebildet sind, daß der unter den Bedingungen des jeweiligen Betriebs der Kolonne auftretende trockene Druckverlust mindestens 15 mal und höchstens 60 mal so groß ist wie der Druckunterschied zwischen dem Druck der Flüssigkeitssäule (13) am Ablauf und dem Druck der Flüssigkeitssäule (12) am Zulauf.
2. Verwendung der Reaktionskolonne nach Anspruch 1 zur kontinuierlichen katalytischen Veresterung von aliphatischen Carbonsäuren mit 2 bis 24 Kohlenstoffatomen mit Alkoholen im Gegenstrom in flüssiger Phase.
3. Verwendung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß aliphatische Carbonsäuren mit 2 bis 6, vorzugsweise 2 bis 4 Kohlenstoffatomen, mit aliphatischen Alkoholen mit 2 bis 4 Hydroxylgruppen verestert werden.
4. Verwendung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß Essigsäure mit Glycerin verestert wird.
5. Verwendung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß Fettsäuren mit 6 bis 24 Kohlenstoffatomen mit aliphatischen einwertigen Alkoholen mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen verestert werden.

Henkelstraße 67
4000 Düsseldorf, den 17.11.1981

HENKEL KGaA
ZR-FE/Patente
Ba/Po

P a t e n t a n m e l d u n g
D 6457

Reaktionskolonne und dessen Verwendung

Gegenstand der Erfindung ist eine Reaktionskolonne für
geringe Dampfbelastung mit einem oder mehreren Glocken-
böden mit Tauchglocken, deren Flanken- bzw. Seitenränder
öffnungen oder Einschnitte zum Durchtritt der gasförmigen
Phase aufweisen, einem oder mehreren abgetauchten Zuläufen,
einem oder mehreren Abläufen und gegebenenfalls
10 Zulauf- und Ablaufwehren.

Die Kolonne gemäß der Erfindung kann für die verschiedensten Reaktionen eingesetzt werden, bei denen eine geringe Dampfbelastung in der Kolonne auftritt. Insbesondere betrifft die Erfindung aber auch noch die Verwendung der
15 nachfolgend im einzelnen definierten Reaktionskolonne zur kontinuierlichen katalytischen Veresterung von Carbonsäuren mit Alkoholen.

Kolonnen mit einem oder mehreren Glockenböden sind seit Jahrzehnten bekannt und werden in großem Umfang eingesetzt.
20

Ein wesentliches Merkmal dieser Glöckchenböden ist, daß die im Kolonnenboden vorhandene Öffnung, über die die Glocke angeordnet ist, im wesentlichen den gleichen Querschnitt aufweist wie die darüber angeordnete Glocke. Man kann dies auch so definieren, daß Dampfhalsquerschnitt, Ringspalt zwischen Dampfhals und Glocke sowie die Summe der Dampfaustrittsschlüsse praktisch den gleichen Flächeninhalt aufweisen.
25

Diese Glockenböden können bei Reaktionen und/oder Stoffaustauschen in der Kolonne, bei denen nur geringe Dampf-
30

...

D 6457

12.3

1 belastungen und gleichzeitig hohe Flüssigkeitsstände (Wehrhöhe) vorliegen, nicht eingesetzt werden, da sie durchregnen. Derartige Probleme treten z.B. auf bei Verfahren zur kontinuierlichen katalytischen Veresterung, 5 insbesondere von Fettsäuren, wie sie in der DE-AS 25 03 195 beschrieben sind, sowie bei Umesterungsreaktionen, z.B. von Carbonsäuremethylestern mit Isopropanol oder bei der Veresterung von Glycerin mit Essigsäure zu Glycerintriacetat.

10

Unter dem Begriff "geringe Dampfbelastungen" werden im Sinne der Erfindung solche Dampfbelastungen verstanden, die um den Faktor 5 bis 20, vorzugsweise etwa 10 bis 15, geringer sind, als die unteren üblichen Dampfbelastungen 15 auf Rektifizierböden. Es handelt sich also in der Praxis um Dampfbelastungen, ausgedrückt durch die vergleichbare Luftgeschwindigkeit, bezogen auf den freien Kolonnenquerschnitt, im Bereich von etwa 0.05 bis 0.3, vorzugsweise 0.07 bis 0.2 m/s.

20

Zur Lösung dieser Probleme ist aus der DE-AS 25 03 195 eine Vorrichtung bekannt, bei der die innere Glocke von Doppelglockenbodenkolonnen mit einer Bohrung versehen ist. Diese Konstruktion hat sich jedoch als verhältnismäßig umständlich erwiesen. Außerdem kann sie Anlaß geben zu Verstopfungen, wenn während der Verwendung der Kolonne sich darin irgendwelche in den zugeführten Strömen in geringer Menge enthaltene Produkte anreichern, die sich in den verhältnismäßig engen Zwischenräumen 25 zwischen den beiden Glocken aufbauen. Dies ist z.B. der Fall bei irgendwelchen Crackprodukten, die bei der Veresterung von Fettsäuren mit Alkoholen mit den überhitzen Alkoholdämpfen in die Kolonne eingetragen werden können. Die Doppelglocke kann sich zusetzen, so daß die 30 Kolonne staut.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabenstellung zugrunde eine Kolonne zu schaffen, die eine einfache

D 6457

3/4

- 1 Konstruktion aufweist und die oben beschriebenen Nachteile zumindest weitgehend nicht aufweist bzw. bei der Verwendung die genannten Störungen zumindest weitgehend vermeidet.
- 5 Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist demgemäß eine Reaktionskolonne für geringe Dampfbelastung mit einem oder mehreren Glockenböden mit Tauchglocken, deren Flanken- bzw. Seitenränder Öffnungen oder Einschnitte
- 10 zum Durchtritt der gasförmigen Phase aufweisen, einen oder mehreren abgetauchten Zuläufen, einem oder mehreren Abläufen und gegebenenfalls Zulauf- und Ablaufwehren, die dadurch gekennzeichnet ist, daß die Kolonne einen inneren Durchmesser von 500 bis 3000 mm aufweist, eine
- 15 oder mehrere Drosselöffnungen 4 unter jeder Glocke 2 aufweist, deren Öffnungen im Boden 1 derart ausgebildet sind, daß der unter den Bedingungen des jeweiligen Betriebs der Kolonne auftretende trockene Druckverlust mindestens 15 mal und höchstens 60 mal so groß ist wie
- 20 der Druckunterschied zwischen dem Druck der Flüssigkeitssäule 13 am Ablauf und dem Druck der Flüssigkeitssäule 12 am Zulauf.

- Wie bereits dargelegt, kann die Reaktionskolonne der
- 25 Erfindung für die verschiedensten Reaktionen eingesetzt werden, wie später noch erläutert wird.

- Besonders vorteilhaft kann die Kolonne gemäß der Erfindung jedoch verwendet werden für die kontinuierliche
- 30 katalytische Veresterung von Fettsäuren mit Alkoholen im Gegenstrom in flüssiger Phase, ähnlich wie sie in der DE-AS 25 03 195 beschrieben ist.

- Die Tauchglocken der Kolonne gemäß der Erfindung entsprechen dem Stand der Technik und weisen die üblichen Öffnungen oder Einschnitte zum Durchtritt der gasförmigen Phase auf. Die gesamte von den Glocken auf einem Boden eingenommene Fläche beträgt dabei zweckmäßig 5 bis 40 %,

D 6457

A.5

- 1 bezogen auf den freien Volumenquerschnitt, abzüglich der durch Zulauf und Ablauf eingenommenen Fläche. Die Kolonne enthält in der Regel, wie gemäß dem Stand der Technik, mindestens 5 Böden. Technische Kolonnen enthalten in der Regel mindestens 20, vorzugsweise mindestens 25 Böden. Die obere Grenze kann bei 100 Böden, vorzugsweise bei 80 Böden liegen.

Das Verhältnis der Dampfdurchtrittsfläche durch die auf 10 einen Boden aufgesetzten Glocken zum freien Kolonnenquerschnitt wird zweckmäßig im Bereich von 0.3 bis 6 %, vorzugsweise im Bereich von 2 bis 5 %, aufgeteilt. Zweckmäßig wird dies auf mindestens je 4 Öffnungen oder Einschnitte pro Glocke zum Durchtritt der gasförmigen 15 Phase verteilt. In technischen Glocken liegen etwa 10 bis 20, vorzugsweise etwa 12 bis 18 Öffnungen oder Einschnitte pro Glocke vor.

Diese Öffnungen weisen zweckmäßig einen Durchmesser von 20 2 bis 5 mm auf, oder sie sind als Schlitze ausgeführt, die gleichmäßig am Umfang verteilt sind und einen Querschnitt aufweisen, der im wesentlichen dem Querschnitt der oben erwähnten Bohrungen entspricht. Die Bohrungen befinden sich zweckmäßig in etwa 5 bis 10 mm Höhe über 25 dem Boden; Schlitze beginnen in der Regel am unteren Rand der Glocke, oder 3 bis 10 mm darüber.

Ein wesentliches Merkmal der Erfindung ist, daß die Böden einen Durchmesser von 500 bis 3000 mm aufweisen. 30 Bei Böden mit einem geringeren Durchmesser treten die Probleme, die eingangs erwähnt wurden, nicht besonders stark auf. Böden mit größeren Durchmessern werden in der Praxis kaum eingesetzt. Bevorzugt liegt die untere Grenze bei etwa 800 mm, besonders bevorzugt bei etwa 35 900 mm. Die obere Grenze für den Durchmesser wird praktisch von der Festigkeit des Materials des Kolonnenmantels begrenzt und liegt bei dem jetzt in Frage kommenden Durchsätzen zweckmäßig bei etwa 2000 mm, bevorzugt

- 1 bei 1700 mm und besonders bevorzugt bei 1500 mm.

Jeder Boden weist einen oder mehrere abgetauchte Zulaufe auf, einen oder mehrere Abläufe sowie gegebenenfalls Zulauf- und Ablaufwehre und gegebenenfalls Vorrichtungen zur Beheizung. In der Praxis werden in der Regel über die Höhe des Ablaufwehres Flüssigkeitsstände von etwa 80 bis 500 mm, vorzugsweise von mindestens etwa 100, besonders bevorzugt mindestens etwa 10 120 mm eingesetzt. Die obere Grenze für den Flüssigkeitsstand liegt zweckmäßig bei 400 mm. besonders bevorzugt bei etwa 300 und noch stärker bevorzugt bei etwa 200 mm.

- 15 Beim Betrieb derartiger Kolonnen bildet sich ein Flüssigkeitsgradient zwischen Zulauf (gegebenenfalls Zulaufwehr) und Ablauf (gegebenenfalls Ablaufwehr) aus. Dieser hängt von vielen Parametern ab, z.B. der Dichte der Flüssigkeit, der Viskosität der Flüssigkeit und der 20 Flüssigkeitsbelastung (Volumenstrom bezogen auf die Wehrbreite). In jedem Fall ist der Flüssigkeitsgradient jedoch ein beim Betrieb einer Kolonne unter gegebenen Bedingungen sich einstellender Wert, der gemessen werden kann. Er bewirkt, daß der Flüssigkeitsstand am Zulauf 25 höher ist als am Ablauf. Der Unterschied in der Flüssigkeitshöhe am Zulauf und Ablauf hat bei Kolonnen der oben beschriebenen Art ein solches Ausmaß, daß sich am Boden ein Unterschied im hydraulischen Druck von 0.1 bis 2, vorzugsweise von 0.5 bis 1.5 mbar pro Meter Entfernung 30 zwischen Zulauf und Ablauf einstellt. Diesen Druckunterschied kann man wie folgt messen: Man betreibt die Kolonne mit verschlossenen Glocken hinsichtlich der Flüssigkeitsbelastung unter Bedingungen, unter denen die Reaktion oder der Stoffaustausch durchgeführt werden soll. 35 Der Einfachheit halber verwendet man hierfür als Vorrichtung einen Modellboden, der den Böden in der tatsächlich verwendeten Kolonne entspricht, und der bei Umgebungstemperatur und -druck, d.h. bei etwa 25°C und

D 6457

- 1 Atm.-Druck betrieben wird und nach oben offen ist, so
daß der Flüssigkeitsstand an den genannten Stellen
einfach gemessen werden kann. Da diese Messung hinsicht-
lich Temperatur und Druck also nicht unter den Be-
dingungen durchgeführt wird, unter denen die Kolonne
5 später im jeweiligen Fall betrieben wird, muß der Modell-
versuch unter Verwendung solcher Flüssigkeiten und
Flüssigkeitsbelastungen durchgeführt werden, die unter
Anwendung der Ähnlichkeitslehre (hauptsächlich der
10 Reynolds-Analogie) errechnet werden aus den Betriebs-
bedingungen beim späteren beabsichtigten Betrieb der
Kolonne. Es kann dabei erforderlich sein, im Modell-
versuch auch andere Temperaturen als Umgebungstemperatur
und andere Flüssigkeiten als Wasser anzuwenden. Der so
15 ermittelte Wert entspricht hinsichtlich der praktischen
Bedürfnisse der Erfindung dem dann beim tatsächlichen
Betrieb der Kolonne auftretenden Wert. Man kann aber auch
in die tatsächlich betriebene technische Kolonne geeig-
nete Vorrichtungen zur Messung der Flüssigkeitshöhen an
20 den genannten Stellen einbauen.

Ein wesentliches Merkmal der Erfindung liegt nun darin,
daß unter jeder Glocke Drosselöffnungen ausgebildet sind,
die einen sogenannten trockenen Druckverlust beim Durch-
strömen des Bodens bewirken. Diesen trockenen Druckver-
lust kann man wie folgt messen: Man verstopft in einem
Modellboden, wie er oben beschrieben wurde, das Ablauf-
rohr. Bei einer vergleichbaren Luftgeschwindigkeit, wie
sie der Dampfbelastung beim Betrieb der Kolonne ent-
spricht, wird von unten durch den Modellboden ein Luft-
massenstrom gedrückt. Auf dem Boden befindet sich keine
Flüssigkeit. Die Druckdifferenz zwischen dem Luftdruck
unmittelbar unter und unmittelbar über dem Boden ist der
trockene Druckverlust. Auch bei diesem Modellversuch
entspricht der so ermittelte trockene Druckverlust aus-
reichend genau dem beim tatsächlichen Betrieb der Kolonne
auftretenden Druckverlust im Betriebszustand.

- 1 Eine wesentliche Lehre der Erfindung besteht darin, daß dieser trockene Druckverlust 15 bis 60 mal so groß sein muß wie der hydraulische Druckunterschied aufgrund des Flüssigkeitsgradienten.
 - 5 Man testet auf diese Weise Kolonnenböden mit verschiedenen Drosselöffnungen und ermittelt die jeweils zutreffende Größe der Drosselöffnungen für den speziellen Anwendungsfall. Durch Serienmessungen kann man Diagramme mit den 10 in Rede stehenden Parametern aufstellen, so daß dann zukünftige Messungen entfallen können. Es kann dann für einen bestimmten erwünschten Anwendungsfall aus sogenannten Druckverlust-Charakteristiken die entsprechende Drosselbohrung ermittelt werden.
 - 15 Bevorzugt beträgt der trockene Druckverlust mindestens das 20fache, und besonders bevorzugt mindestens das 25fache des genannten hydraulischen Druckunterschieds. Maximal bevorzugt beträgt der trockene Druckverlust das 50fache,
 - 20 besonders bevorzugt das 35fache des hydraulischen Druckunterschieds. Auf jeden Fall muß der trockene Druckverlust so gewählt werden, daß ein Durchregnen der Kolonne in jedem Bereich verhindert wird. Bei manchen Reaktionen oder Stoffaustauschprozessen kann jedoch die Dampfbelastung am
 - 25 Kopf der Kolonne stark abweichen von derjenigen im unteren Bereich, und zwar aufgrund der unterschiedlichen mittleren Molekulargewichte der in der Dampfphase vorliegenden Stoffe. In einem solchen Fall kann es erforderlich sein, daß im oberen Bereich der Kolonne die
 - 30 Drosselbohrungen eine andere Größe aufweisen als im unteren Bereich, um ein Durchregnen in allen Bereichen der Kolonne zu verhindern. Aus energetischen Gründen sollte der trockene Druckverlust so niedrig wie möglich gehalten werden, natürlich aber so hoch sein, daß ein Durchregnen
 - 35 der Böden vermieden wird.

Die Form des Querschnitts der Drosselbohrungen kann in

D 6457

89

- 1 weiten Bereichen schwanken. Aus Gründen der einfachen
Herstellung werden in der Regel kreisrunde Bohrungen
zweckmäßig sein. Es ist aber möglich, auch andere geo-
metrische Formen, z.B. Quadrate oder Rechtecke für die
5 Öffnungen vorzusehen.

Es ist außerordentlich überraschend, daß durch diese verblüffend einfache Konstruktion z.B. Veresterungsreaktionen bei hohen Raum/Zeit-Ausbeuten durchgeführt werden können, ohne daß Störungen beim Betrieb der Kolonne auftreten oder diese durchregnet. Die Kosten für die Herstellung eines Bodens gemäß der Erfindung sind aufgrund der einfacheren Konstruktion naturgemäß erheblich geringer als der Böden, wie sie in der eingangs erwähnten DE-AS 25 03 195 beschrieben sind.

Gegenstand der Erfindung ist weiterhin die Verwendung
der oben beschriebenen Kolonne zur kontinuierlichen
katalytischen Veresterung von aliphatischen Carbonsäuren
20 mit 2 bis 24 Kohlenstoffatomen mit Alkoholen im Gegen-
strom in flüssiger Phase. Nach einer Ausführungsform
können aliphatische Carbonsäuren mit 2 bis 6, vorzugs-
weise 2 bis 4 Kohlenstoffatomen, mit aliphatischen
Alkoholen mit 2 bis 4 Hydroxylgruppen verestert werden.
25 Ein technisch besonders wichtiges Beispiel hierfür ist
die Veresterung der Essigsäure mit Glyzerin. Nach einer
anderen Ausführungsform werden Fettsäuren mit 6 bis 24
Kohlenstoffatomen mit aliphatischen einwertigen Alko-
holen mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen verestert. Es handelt
30 sich hierbei um die üblichen Veresterungen in der Fett-
chemie. Beispiele für solche Fettsäuren sind Talgfett-
säuren, Kokosfettsäuren, Sojaölfettsäuren, Palmfett-
säuren und sonstige Fettsäuren und deren Gemische pflanz-
licher und tierischer Herkunft. Als Alkohole haben be-
sonders technische Bedeutung Methanol, Äthanol, n- und
35 Iso-Propanol, n-Butanol und gegebenenfalls die Isomeren.

D 6457

9/10.

- 1 Die Kolonne gemäß der Erfindung kann auch für Umesterungsreaktionen, z.B. Myristinsäuremethylester mit Iso-Propanol zu Isopropylmyristat eingesetzt werden. Weitere Beispiele hierfür sind die Umesterungen von tierischen und pflanzlichen Fetten und Ölen mit den oben genannten niedrigen Alkoholen zu den entsprechenden Estern.

- Die Kolonne kann auch eingesetzt werden zur Absorbtion von bestimmten Verbindungen aus Gasgemischen an geeignete (Wasch)flüssigkeiten, z.B. die Absorbtion von Schwefeldioxyd in alkalische Waschflüssigkeiten.

- 15 Fig. 1 ist ein Längsschnitt durch einen Boden der Reaktionskolonne.

- Fig. 2 ist ein Längsschnitt durch eine einzelne Glocke.
20 Fig. 3 ist eine Prinzipskizze zur Darstellung der Messung des hydraulischen Druckunterschieds.

- In der Fig. 1 sind auf dem Boden 1 Glocken 2 angeordnet, die an ihrem Umfang verteilt Dampfdurchtrittsöffnungen 25 in Form von Schlitzen 3 aufweisen. Unter den Glocken befinden sich Drosselöffnungen 4. Das Zulaufrohr 5 ist in einer Tauchtasse 6 abgetaucht. In diesem Fall wirkt die Tauchtasse 6 als Zulaufwehr. Es kann aber auch zwischen der Tauchtasse 6 und der ersten Glocke ein spezielles Zulaufwehr in an sich bekannter Weise ange-30 ordnet sein, was in der Zeichnung jedoch nicht dargestellt ist. Um das Ablaufrohr 7 ist ein Ablaufwehr 8 angeordnet, das in diesem speziellen Fall so ausgebildet 35 ist, daß es konzentrisch das Ablaufrohr umgibt und einen Spritzschutz darstellt. Am unteren Teil des Ablaufwehrs 8 sind Öffnungen 9 zum Durchtritt der Flüssigkeit angeordnet. Der Flüssigkeitsstand am Ablaufrohr 7 wird

D 6457

10. 11.

- 1 durch dessen Höhe bestimmt. Die Tauchtasse 6 weist in der Praxis noch Öffnungen für eine mögliche Entleerung beim Abfahren der Kolonne auf, die jedoch der Einfachheit halber nicht in der Zeichnung dargestellt sind. Die 5 Kolonnenwand ist schematisch als punktierte Linie 10 dargestellt.

In Fig. 2 sind die gleichen Bezugszahlen zur Kennzeichnung der gleichen Teile verwendet.

- 10 Die Messung des Druckunterschieds wird anhand der Fig. 3 erläutert. Der Kolonnenboden 1 ist nur schematisch dargestellt, d.h. die darauf befindlichen Glocken sind nicht mit eingezzeichnet. Es sind lediglich die Drosselbohrungen 4 angedeutet. Die Anordnung weist ein Zulaufrohr 5 mit 15 Tauchtasse 6 und ein Ablaufrohr 7 auf. Am Zulaufrohr ist ein Zulaufwehr 11 angeordnet. Aus Gründen der einfachen Darstellung wurde am Ablaufrohr ein Ablaufwehr nicht eingezzeichnet. Der Flüssigkeitsstand 12 am Zulaufwehr ist größer als der Flüssigkeitsstand 13 am Ablaufrohr. Der 20 Flüssigkeitsspiegel 14 weist deshalb einen Gradienten auf, und die Differenz zwischen dem Flüssigkeitsstand 12 und dem Flüssigkeitsstand 13 ist mit 15 bezeichnet. Aus ihm läßt sich der Druckunterschied zwischen dem Druck der Flüssigkeitssäule am Ablauf und dem Druck der Flüssigkeitssäule am Zulaufwehr ausrechnen. Wenn kein Zulaufwehr 25 vorhanden ist, muß entsprechend der Flüssigkeitsstand direkt am Zulaufrohr 5 gemessen werden. Sinngemäß gilt dies umgekehrt für den Fall, daß ein Ablaufwehr vorhanden ist.

30

35



1 Beispiel 1

11.

12.

Unter Verwendung einer Reaktionskolonne mit 32 Böden, bei denen die oberen 15 durch Rohrschlangen auf den Böden beheizbar ausgeführt sind, einer Höhe von 11 m, einem Bodendurchmesser von 1100 mm, 70 Glocken pro Boden, einem Zulauf und einem Ablauf und einem Zulaufwehr und einem Ablaufwehr, wobei die Ablaufwehrhöhe 150 mm und der Abstand zwischen Zulauf- und Ablaufwehr 785 mm beträgt, wird ein Veresterungsverfahren betrieben. Die von den Glocken auf einem Boden angenommene Fläche beträgt dabei 17 % der Fläche des Bodens zwischen den beiden Wehren; dies Verhältnis der Dampfdurchtrittsfläche (Schlitze) durch die auf einen Boden aufgesetzten Glocken bezogen auf den freien Kolonnenquerschnitt beträgt 3.5 %. Speist man auf den obersten Boden der Kolonne 3960 kg/h eines Talgfettsäuregemisches der Säurezahl SZ= 200, das einen üblichen Katalysator enthält, mit einer Temperatur von 250°C und unterhalb des untersten Bodens einen Methanolmassenstrom von 1040 kg/h gasförmig bei einer Temperatur von ebenfalls 250°C bei einem Druck in der Kolonne von 11 bar ein, so erhält man im Sumpf der Kolonne Methyl-ester der Fettsäure entsprechenden Menge mit einer Säurezahl unter 0.5 und am Kopf der Kolonne ein der Umsetzung und dem Methanolüberschuß entsprechendes Wasser/Methanolgemisch in gasförmiger Form. Der mit einem Modellboden in Originalgröße an einem Bodenversuchsstand mit Wasser ermittelte Flüssigkeitsgradient beträgt 0.13 mbar/m. Die Drosselöffnungen wurden so gewählt, daß der trockene Druckverlust das 30-fache des Druckunterschiedes zwischen Zulauf- und Ablaufwehr aufgrund des gemessenen Flüssigkeitsgradienten beträgt. Mit der geometrischen Form einer kreisrunden Drosselöffnung beträgt der Durchmesser dieser Drosselöffnungen 10 mm. Die beschriebene Wahl der Größe der Drosselöffnungen bewirkt, daß die Kolonne einwandfrei arbeitet, d.h. weder am Kopf noch im unteren Bereich durchregnet.

D 6457

12
131 Beispiel 2

Unter Verwendung einer Reaktionskolonne mit 35 Böden der in Beispiel 1 beschriebenen Art, einer Höhe von 16 m, einem Bodendurchmesser von 1.1 m, einer Ablaufwehrhöhe von 150 mm erhält man bei der Veresterung von Glycerin mit Essigsäure einen Umsatz von 90 % bezogen auf das eingesetzte Glycerin. Dabei werden 440 kg/h Glycerin bei einer Temperatur von 140°C auf den obersten Boden mit einem üblichen Katalysator und unter dem untersten Boden 570 kg/h Essigsäure bei einer Temperatur von 150°C gasförmig eingespeist. Die Kolonne hat einen Sumpfdruck, der nur wenig über Umgebungsdruck liegt. Während am Kopf der so betriebenen Kolonne 94 % des Reaktionswassers praktisch essigsäurefrei gasförmig abgezogen werden, kann am Sumpf der Kolonne zu 90 % umgesetztes Glycerin als Glycerinacetat entnommen werden, das mit der überschüssigen Essigsäure und ca. 6 % des Reaktionswassers vermischt ist. Der Flüssigkeitsgradient für Glycerin bei den Betriebsbedingungen beträgt 0.16 mbar/m. Es wurde das 25-fache des hydraulischen Druckunterschiedes zwischen Zulauf- und Ablaufwehr aufgrund des gemessenen Flüssigkeitsgradienten für den trockenen Druckverlust des Bodens aufgrund einer im Vergleich zu Beispiel 1 höheren vergleichbaren Luftgeschwindigkeit bezogen auf den freien Kolonnenquerschnitt als ausreichend angesehen. Der trockene Druckverlust von dann 3.1 mbar wird bei der angegebenen Gasbelastung mit einer kreisrunden Drosselöffnung von 11 mm² unter jeder Glocke erreicht. Die beschriebene Wahl der Größe der Drosselöffnungen bewirkt, daß die Kolonne einwandfrei arbeitet, d.h. weder am Kopf noch im unteren Bereich durchregnet.

~~- 13 - 14.~~

In den Beispielen wurden Standardglocken mit einem Durchmesser von 50 mm (50-er Standardglocke) verwendet. Bei Einsatz von Glocken mit einem größeren Durchmesser würde sich bei gleichem Kolonnendurchmesser die Anzahl der 5 Glocken verringern; würde man anstatt der 50er Standardglocke eine 80er Glocke einsetzen, würde sich die Anzahl der Glocken auf 60 verringern. Gleiche Strömungsbedingungen unter der Glocke würden eine Drosselbohrung von 12 mm Ø erfordern. Bei Einsatz einer 125er Glocke 10 würde sich die Anzahl der Glocken auf 30 verringern und die Drosselbohrung müßte einen Ø 17 mm aufweisen.

Die Flächenverhältnisse zwischen der Projektionsfläche der Glocke und der Drosselbohrungsfläche, welche nicht konstant sind, können unter gewissen Vereinfachungen 15 nach folgender Formel berechnet werden:

$$d_2 = \frac{n_1}{n_2} \cdot d_1 \quad d_1 : \text{Drosselbohrungsdurchmesser bei Verwendung der Glocke vom Typ 1}$$

20

d_2 : Drosselbohrungsdurchmesser bei Verwendung der Glocke vom Typ 2

25

n_1, n_2 : Anzahl der dann auf einem Boden von bestimmtem Durchmesser untergebrachten Glocken.

•15•
Leerseite

21
- 17 -
Nummer: 3148142
Int. Cl. 3: B01D 3/20
Anmeldetag: 21. November 1981
Offenlegungstag: 1. Juni 1983

Fig. 1

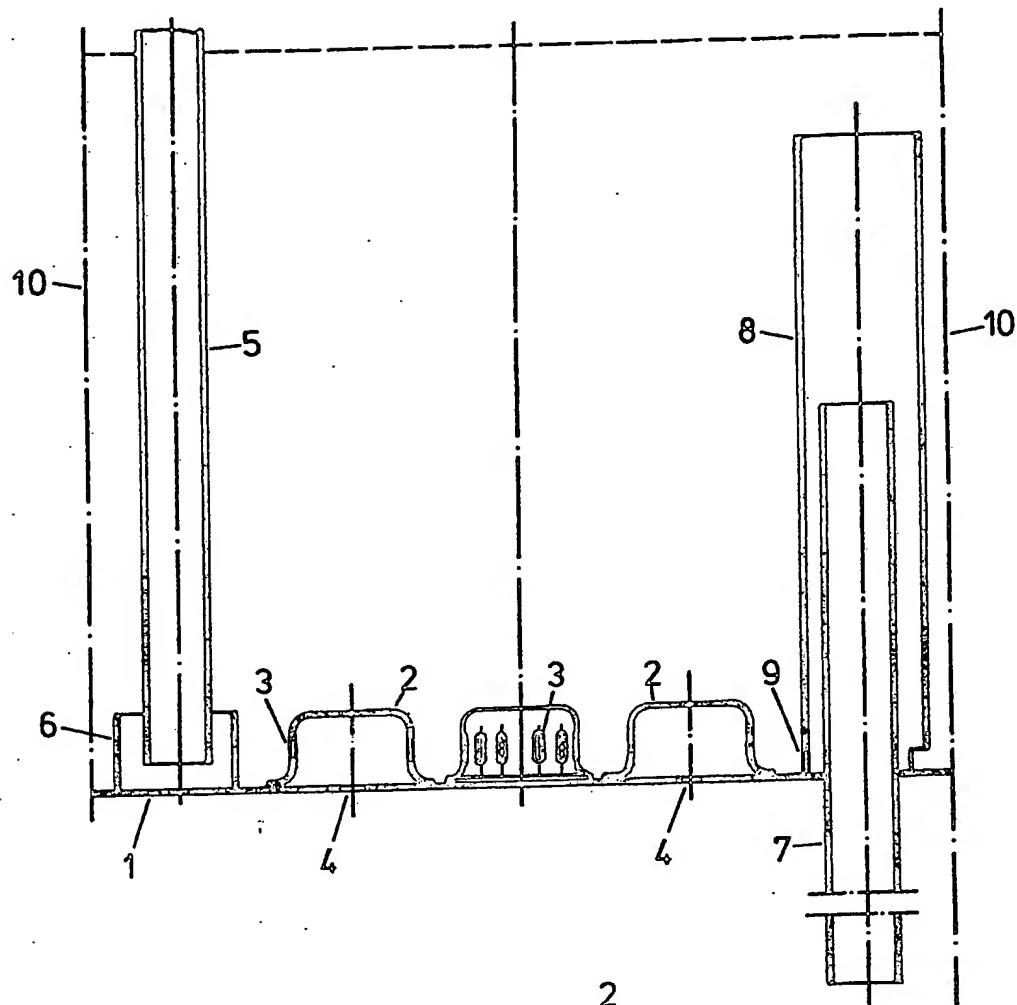
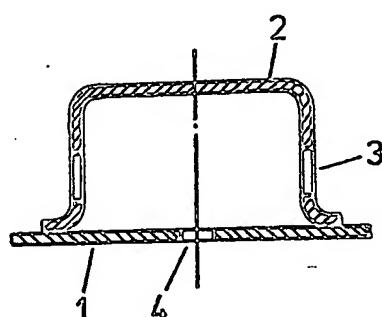


Fig. 2



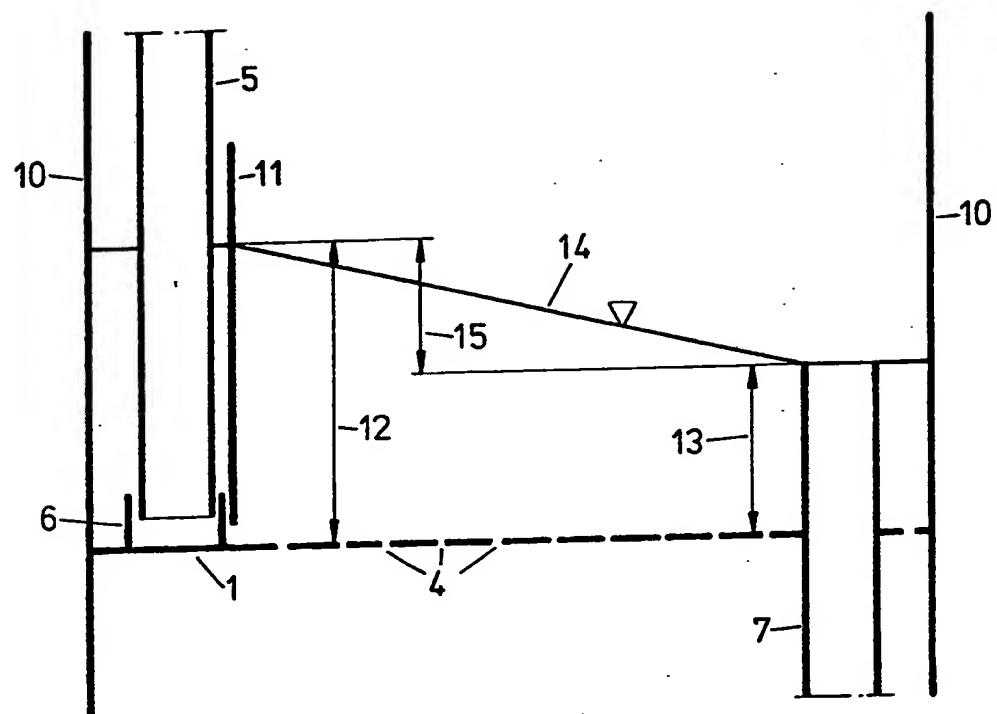
16.

Fig. 3

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

PAGE BLANK (USPTO)